

DOES AROMA COMPOSITION ALLOW TO DISCRIMINATE GROUPS OF DARK CHOCOLATES CATEGORIZED ON THE BASIS OF THEIR ORGANOLEPTIC PROPERTIES? INPUTS OF DIRECT-INJECTION MASS SPECTROMETRY (PTR-TOF-MS) AND GC-OLFAC

Zoé Deuscher

Isabelle Andriot, Karine Gourrat, Etienne Sémon

Centre de coopération International en Recherche Agronomique pour le Développement (CIRAD) UMR 95 QUALISUD et Centre des Sciences du Goût et de l'Alimentation (CSGA)

Abstract

Organoleptic properties and particularly aroma of dark chocolate depend on cocoa origin, cocoa variety and fabrication process. A sensory analysis performed on 206 dark chocolates produced from cocoa beans of different varieties and origins but with the same fabrication process classified them into four sensory categories. The objectives of this work were i) to assess whether the aromatic composition of the chocolates determine the sensory category they belong to and ii) to identify the key odorants that allow the dark chocolates discrimination. For this, volatile organic compounds (VOCs) emitted from the samples were analyzed by dynamic headspace coupled to a direct-injection mass spectrometry method using a Proton Transfer Reaction – Time of Flight – Mass Spectrometer (PTR-ToF-MS). The analyses of 1 g of chocolate mixed with 1 mL of artificial saliva in 20 mL vials were performed in triplicate under stirring at 36.2°C after 2 hours equilibration time. The average areas under the curves obtained for 314 significant ions present in the mass spectra during 2 mn release time were used to perform supervised and unsupervised multivariate data analyses. We showed this headspace PTR-MS analyses allowed retrieving the classification of the 206 samples into the four sensory categories previously determined. In a second time, to determine the key aroma of each sensory category, a Gas Chromatography-Olfactometry (GC-O) study of extracts representative of each subset of chocolates was undertaken. Twelve samples (3 samples per sensory category) among the 206 were selected. The aroma fractions were isolated by solvent assisted flavour evaporation (SAFE) from 30 g of chocolate diluted in 100 mL of water. The distillates were extracted with methylene chloride and the extracts were submitted to GC-O using the detection frequency method. The odour events identified by a panel of 12 assessors were grouped into olfactive areas (OAs). On average 50 OAs were found in the extracts and the most frequent associated olfactory descriptors were floral, fruity, butter, sugary, cotton candy and peanuts. A correspondence analysis (CA) conducted on the complete set of GC-O data allowed to distinguish samples and the sensory categories. The OAs were further identified using GC-MS, with a particular emphasis on those allowing samples discrimination.

Résumé

Les propriétés organoleptiques et en particulier l'arôme du chocolat noir dépendent de l'origine du cacao, de la variété du cacao et du processus de fabrication. Une analyse sensorielle réalisée sur 206 chocolats foncés issus de fèves de cacao de différentes variétés et origines, mais avec le même procédé de fabrication, les a classées en quatre catégories sensorielles. Les objectifs de ce travail étaient: i) d'évaluer si la composition aromatique des chocolats détermine la catégorie sensorielle à laquelle ils appartiennent et ii) d'identifier les odorants clés qui permettent la discrimination des chocolats foncés. Pour cela, les composés organiques volatils (COV) émis par les échantillons ont été analysés par un espace vide dynamique couplé à une méthode de spectrométrie de masses à injection directe en utilisant une Réaction de Transfert de Protons à - Temps de vol – Spectromètre de Masses (PTR. ToF-MS par ses sigles en anglais). Les analyses de 1 g de chocolat mélangé avec 1 ml de salive artificielle dans des flacons de 20 ml ont été effectuées en triple exemplaire sous agitation à 36,2 °C après 2 heures de temps d'équilibration. Les superficies moyennes en dessous des courbes obtenues pour 314 ions significatifs présents dans les spectres de masse pendant 2 minutes de temps de libération ont été utilisées pour effectuer des analyses supervisées et non supervisées de données multivariées. Nous

montrons que les analyses de PTR-MS de l'espace vide ont permis de retrouver la classification des 206 échantillons dans les quatre catégories sensorielles préalablement déterminées. Lors d'une deuxième fois, pour déterminer l'arôme clé de chaque catégorie sensorielle, une étude de chromatographie de Gaz et d'Olfactométrie (GC-O par ses sigles en anglais) d'extraits représentatifs de chaque sous-ensemble de chocolats a été réalisée. Douze échantillons (3 échantillons par catégorie sensorielle) ont été sélectionnés parmi les 206. Les fractions d'arôme ont été isolées par évaporation de l'arôme assisté avec solvant (ESAS) à partir de 30 g de chocolat dilué dans 100 ml d'eau. Les distillats ont été extraits avec du chlorure de méthylène et les extraits ont été soumis à GC-O en utilisant la méthode de fréquence de détection. Les événements d'odeur identifiés par un panel de 12 évaluateurs ont été regroupés dans des zones olfactives (AO). En moyenne, 50 AO ont été trouvés dans les extraits et les descripteurs olfactifs associés les plus fréquents étaient floraux, fruités, beurre, sucre, barbe à papa et arachides. Une analyse de correspondance (AC) réalisée dans l'ensemble complet des données GC-O a permis de distinguer les échantillons et les catégories sensorielles. Les OA ont été identifiées encore plus en utilisant GC-MS, en mettant l'accent sur ceux qui permettent la discrimination par échantillonnage.

Resumen

Las propiedades organolépticas y particularmente el aroma del chocolate negro dependen del origen del cacao, la variedad de cacao y el proceso de fabricación. Un análisis sensorial realizado en 206 chocolates oscuros producidos a partir de granos de cacao de diferentes variedades y orígenes, pero con el mismo proceso de fabricación, los clasificó en cuatro categorías sensoriales. Los objetivos de este trabajo fueron: i) evaluar si la composición aromática de los chocolates determina la categoría sensorial a la que pertenecen y ii) identificar los odorantes claves que permiten la discriminación de chocolates oscuros. Para esto, los compuestos orgánicos volátiles (COV) emitidos por las muestras se analizaron mediante un espacio vacío dinámico acoplado a un método de espectrometría de masas de inyección directa usando una Reacción de Transferencia de Protones - Tiempo de Vuelo - Espectrómetro de Masas (PTR-ToF-MS por sus siglas en inglés). Los análisis de 1 g de chocolate mezclado con 1 ml de saliva artificial en viales de 20 ml se realizaron en triplicado bajo agitación a 36.2°C después de 2 horas de tiempo de equilibrado. Las áreas promedio debajo de las curvas obtenidas para 314 iones significativos presentes en los espectros de masas durante 2 minutos de tiempo de liberación se usaron para realizar análisis supervisados y no supervisados de datos multivariados. Mostramos que los análisis de PTR-MS del espacio vacío permitieron recuperar la clasificación de las 206 muestras en las cuatro categorías sensoriales previamente determinadas. En una segunda ocasión, para determinar el aroma clave de cada categoría sensorial, se realizó un estudio de Cromatografía de Gases y Olfatometría (GC-O por sus siglas en inglés) de extractos representativos de cada subconjunto de chocolates. Se seleccionaron doce muestras (3 muestras por categoría sensorial) entre las 206. Las fracciones de aroma se aislaron por evaporación del sabor asistida con solvente (ESAS) a partir de 30 g de chocolate diluido en 100 ml de agua. Los destilados se extrajeron con cloruro de metileno y los extractos se sometieron a GC-O usando el método de frecuencia de detección. Los eventos de olor identificados por un panel de 12 evaluadores se agruparon en áreas olfativas (AO). En promedio, se encontraron 50 AO en los extractos y los descriptores olfativos asociados más frecuentes fueron floral, frutal, mantequilla, azúcar, algodón de azúcar y cacahuets. Un análisis de correspondencia (AC) llevado a cabo en el conjunto completo de datos de GC-O permitió distinguir las muestras y las categorías sensoriales. Los AO se identificaron aún más utilizando GC-MS, con un énfasis particular en aquellos que permiten la discriminación de muestras.



MARS



PERÚ

Ministerio
de Agricultura y Riego

International Symposium on Cocoa Research

2017

BOOKLET OF ABSTRACTS



LIVRET DES RÉSUMÉS



FOLLETO DE RESUMENES

13-17 November 2017, Swissôtel, Lima, Peru



INTERNATIONAL COCOA ORGANIZATION



icco.org/iscr2017



 icco.org/iscr2017